

PTO 03-1582

German

Document No. DE 195 31 130 A1

Gas-Generating Mass with a Slagging Agent

[Gaserzeugende Masse mit einem Verschlackungsmittel]

Dr. Peter Jacob and Hans Weigand

UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Washington, D.C.

February 2003

Translated by: Schreiber Translations, Inc.

<u>Country</u>	:	Germany
<u>Document No.</u>	:	DE 195 31 130 A1
<u>Document Type</u>	:	Patent Application Laid Open to Inspection
<u>Language</u>	:	German
<u>Inventors</u>	:	Dr. Peter Jacob and Hans Weigand
<u>Applicant</u>	:	Bayern-Chemie Gesellschaft für flugchemische Antriebe mbH
<u>IPC</u>	:	C 06 D 5/06, C 06 B 31/02, C 06 B 33/04, C 06 B 21/00, A 62 D 1/06, B 60 R 21/26
<u>Application Date</u>	:	August 24, 1995
<u>Publication Date</u>	:	February 27, 2001 / 1997
<u>Foreign Language Title</u>	:	Gaserzeugende Masse mit einem Verschlackungsmittel
<u>English Language Title</u>	:	Gas-Generating Mass with a Slagging Agent

Specification

This invention relates to a gas-generating mass according to the preamble of Claim 1.

Such gas-generating masses are used for gas generators. The best-known example is the gas generator for the airbag as a passive restraint system for passengers in motor vehicles. In addition, gas generators are used, for example, for self-contained drive assemblies, fast-closing valves and the like. The known gas-generating masses contain a gas-supplying main component and an oxidator. As gas-supplying main component, one uses nitrogen-rich compounds, in particular, metal azides or nitrogen-rich organic compounds such as triaminoguanidine, as oxidators, for example, metal nitrates, above all, alkali and alkaline earth metal nitrates (see DE-AS 22 36 175 and DE 44 35 790 A1). To prevent the formation of a strongly alkaline, respirable and thus highly toxic or corroding fine alkali or alkaline earth metal oxide dust which is generated when the alkali or alkaline earth metal nitrate is mixed with the nitrogen-rich compound, one adds to the mass generally silicon dioxide as slagging agent (DE-AS 22 36 175 and DE 44 35 790 A1).

¹ Numbers in the margin indicate pagination in the foreign text.

In that way, the corresponding silicates are formed in place of the alkali or alkaline earth metal oxides and those silicates are more easily filtered and are less alkaline.

DE 44 35 790 A1 furthermore discloses that, along with alkali or alkaline earth metal oxide, one can use iron (III) oxide as oxygen-supply substance. Iron (III) oxide at the same time is to be used for the moderation of the burn-off and for the improvement of slag formation.

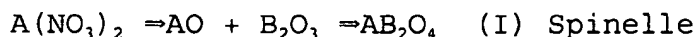
Alkali or alkaline earth metal slag, of course, is less alkaline than the alkali or alkaline earth metal oxides; but it nevertheless possesses considerable alkalinity. Accordingly, it creates a considerable irritating effect in case of inadequate filtration. It also leads to corrosion.

This problem occurs even more intensively in the case of gas-generating masses that have high burn-off temperatures. In that case, it so happens that the silicate is present as a metal that cannot be filtered or, at best, it is very difficult to filter it. To be sure, the combustion chamber temperature can be reduced by adding iron (III) oxide, which partly replaces the nitrate as oxidator, but that is connected with a reduction of the gas yield.

The object of the invention is to provide a gas-generating mass that will form a nontoxic or noncorroding slag without lowering the gas yield.

This is accomplished according to the invention by the gas-generating mass characterized in Claim 1. Claims 2 to 15 supply adequate developments of the invention-based mass and Claim 16 presents an advantageous method for production.

In other words, according to the invention, one uses as oxidator the nitrate of a bivalent metal (A), and as slagging agent, one uses the oxide of a trivalent or quadrivalent metal (B) so that as slag there is formed a spinelle or a perovskite having the general AB_2O_4 . In other words, slag formation takes place according to the following equation (I) or (II):



The slag, formed from the invention-based mass, has a good retaining capacity in the combustion chamber. Above all, it has a pH value in the neutral range. This means that the slag is neither toxic nor corrosive. At the same time, the slag has a high porosity when compared to the gas-generating mass. That prevents the gas-generating mass from being swept along by the discharging gas. The slag, thus formed, is not alkaline, and

therefore, after its use, the mass can also be disposed of without any problems.

To ensure a quantitative spinelle or perovskite formation, the molar ratio of the oxide of the trivalent metal to the nitrate of the bivalent metal is about 1:1; in practice, in other words, it is between 1.5:1 and 1:1.2. Bar the formation of even small quantities of an oxide of the bivalent metal, the oxide of the trivalent (quadrivalent) metal is present preferably in a slight molar excess of 1.1:1 to 1.5:1 as compared to the nitrate of the bivalent metal.

The weight share of the trivalent (quadrivalent) metal oxide in the mass preferably is 10 to 40% by weight. The weight share of the nitrate of the bivalent metal oxide is determined according to the above reaction equation (I) or (II).

The gas-supplying main component of the invention-based mass is formed by a nitrogen-rich and/or polymeric organic compound. The weight portion of this gas-supply main component is preferably 5 to 80% by weight of the mass.

The bivalent metal nitrate is preferably the nitrate of an alkaline earth metal such as calcium nitrate or strontium nitrate. In addition, one can also use nitrates of other spinelle-forming or perovskite-forming bivalent metals, for example, zinc nitrate, magnesium nitrate, iron (II) nitrate,

manganese nitrate, cobalt nitrate, nickel nitrate or copper nitrate.

The trivalent spinelle-forming metal oxide is preferably iron oxide, aluminum oxide, chrome oxide or vanadium oxide. Particularly preferred is iron (III) oxide (Fe_2O_3) and aluminum oxide (Al_2O_3) so that as spinelle there will be formed AFe_2O_4 or AAl_2O_4 (with A as the bivalent metal).

Iron (III) oxide or aluminum oxide in the invention-based mass thus does not act as an oxidator but rather as a slagging agent in conjunction with the nitrates of the bivalent spinelle-forming metals.

The quadrivalent perovskite-forming metal oxide is preferably titanium oxide, zirconium oxide or tin oxide. Particularly preferred is titanium (IV) oxide (TiO_2) so that perovskite AtiO_3 will be formed as perovskite (with A as the bivalent metal).

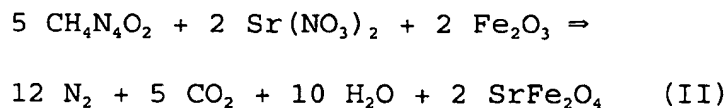
Titanium (IV) oxide here does not act as oxidator but rather as slagging agent in conjunction with the nitrates of the bivalent perovskite-forming metals.

The nitrogen-rich compound as gas-supply main component can be an inorganic or an organic compound. It preferably has at least three nitrogen atoms in the molecule. /3

A metal azide can be used as inorganic nitrogen-rich compound. The metal, formed from the metal azide, is to be bonded as spinelle or perovskite; therefore, of course, one can use only azides of bivalent spinelle-perovskite-forming metals, for example, calcium azide. When bivalent metal azides are used, then the molar portion of the trivalent spinelle-forming or of the quadrivalent perovskite-forming metal oxide must be increased accordingly.

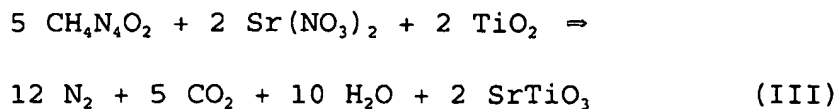
As nitrogen-rich compound, one preferably uses organic nitrogen-containing compounds, in particular, nitroguanidine, traminoguanidine [sic; triaminoguanidine] nitrate and 5-aminotetrazol.

alkaline When one uses nitroguanidine as nitrogen-rich compound, whereas strontium nitrate is used as bivalent metal nitrate and when iron (III) oxide is used as trivalent metal oxide, then the conversion of the invention-based mass takes place according to the following reaction equation:



When one uses nitroguanidine as nitrogen-rich compound, when one uses strontium nitrate as bivalent metal nitrate and titanium (IV) oxide as quadrivalent metal oxide, then the conversion of

the invention-based mass takes place according to the following reaction equation:



Instead of or along with the nitrogen-rich compound, the gas-supply main component can be a nitrogen-free or low-nitrogen organic compound, preferably a nitrogen-free polymeric organic compound such as cellulose acetate, polyoxymethylene or polyvinylacetate. The nitrogen-free polymeric organic compound can also be formed by a hardenable plastic bonding agent, for example, polyurethane or polybutadiene.

The invention-based gas-generating mass furthermore can contain a burn-off moderator. As burn-off moderators, one might consider, for example, metal oxides including iron (III) oxide, soot or graphite. The share of the burn-off moderator amounts to a maximum of 5% by weight related to the weight of the gas-generating mass.

Furthermore, the invention-based gas-generating mass can contain a pressing aid. The pressing aid, for example, can be graphite, pyrogenic silicic acid (SiO_2) or magnesium stearate. The content of the pressing aid amounts to a maximum of 5% by weight related to the weight of the gas-generating mass.

When the invention-based mass is produced, the components are ground preferably in a ball mill to the desired homogeneity and grain distribution. The shaping can be done by pressing, extruding, casting, rolling or granulation. The propellant charges, thus obtained, can be used as end burners, inside-out burners, multiperforation powders, pellets or granular substances for gas generators.

If shaping is done by pressing, then the ground powder is mixed with graphite and/or it is granulated. For granulation, one preferably adds to the powder such a volume of water that the bivalent spinelle-forming or perovskite-forming metal nitrate will be dissolved, whereupon the mass becomes granulated while drying. Pressing can be done with the help of a rotary press for pelletization or a single-die or two-die press or, for larger pressed parts, with the help of an isostatic press.

The invention-based mass is particularly suitable for airbag gas generators, as gas generator for self-contained power assemblies and fast-closing valves and as extinguishing agents and propellants.

The examples below will help explain the invention further. The parts indicated here are parts by weight.

Example 1

41.032 parts of nitroguanidine, 33.5 parts of strontium nitrate, 25.265 parts of iron (III) oxide and 0.5 part of graphite are ground together in the ball mill to an average grain size of 5 μm and are then compressed into pellets. The resultant pressings have a compression ratio of 0.85.

Example 2

38.971 parts of triaminoguanidine nitrate, 34.527 parts of strontium nitrate, 26.002 parts of iron (III) oxide and 0.5 part of graphite are ground together in the ball mill to an average grain size of 10 μm and are then compressed into pressings. The resultant pressings have a compression ratio of 0.87.

Example 3

45.167 parts of triaminoguanidine nitrate, 36.727 parts of strontium nitrate, 17.606 parts of aluminum oxide and 0.5 part of graphite are ground together in the ball mill to an average grain size of 10 μm and are then compressed into pressings. The resultant pressings have a compression ratio of 0.9. The gas-generating masses, formed according to Examples 1 to 3, were calcined and the residue was suspended in water. The residue, suspended in water, had a pH value of about 7.

/4

Example 4

47.159 parts of nitroguanidine, 38.359 parts of strontium nitrate, 14.482 parts of titanium (IV) oxide are ground together in the ball mill to an average grain size of 15 μm and are then compressed into pressings. The resultant pressings have a compression ratio of 0.86.

Claims

1. Gas-generating mass consisting of an oxidator, a nitrogen-rich compound and/or an organic compound, a slagging agent and possibly a burn-off moderator and a pressing aid, characterized in that the oxidator is the nitrate of a spinelle-forming bivalent metal and that the slagging agent is the oxide of a spinelle-forming trivalent metal or a perovskite-forming quadrivalent metal and that the bivalent metal nitrate and the trivalent or quadrivalent metal oxide are present in such a molar ratio that the slag, formed as the mass is burned off, will be a spinelle or a perovskite.

2. Gas-generating mass according to Claim 1, characterized in that the oxide of the trivalent or quadrivalent metal is present with respect to the nitrate of the trivalent metal in a molar ratio of 1.5:1 to 1:1.2.

3. Gas-generating mass according to Claim 1, characterized in that the molar ratio of the trivalent or quadrivalent metal

oxide with respect to the bivalent metal nitrate is between 1.5:1 and 1.1:1.

4. Gas-generating mass according to one of the above claims, characterized in that the weight portion of the trivalent or quadrivalent metal oxide in the mass amounts to 10 to 40% by weight.

5. Gas-generating mass according to one of the above claims, characterized in that the weight portion of the nitrogen-rich compound and/or of the organic compound in the mass amounts to a total of 5 to 80% by weight.

6. Gas-generating mass according to one of the above claims, characterized in that the bivalent metal is an alkaline earth metal or zinc.

7. Gas-generating mass according to one of the above claims, characterized in that the trivalent spinelle-forming metal is iron, aluminum, chrome or vanadium and that the quadrivalent perovskite-forming metal is titanium, zirconium or tin.

8. Gas-generating mass according to Claim 1, characterized in that the nitrogen-rich compound contains at least three nitrogen atoms in the molecule.

9. Gas-generating mass according to Claim 8, characterized in that the nitrogen-rich compound is an organic compound.

10. Gas-generating mass according to Claim 9, characterized in that the nitrogen-rich organic compound is nitroguanidine, 5-aminotetrazol or triaminoguanidine nitrate.

11. Gas-generating mass according to Claim 1, characterized in that the organic compound is a polymeric organic compound.

12. Gas-generating mass according to Claim 11, characterized in that the polymeric organic compound is cellulose acetate, polyoxymethylene, polyvinylacetate or a plastic bonding agent.

13. Gas-generating mass according to Claim 1, characterized in that the burn-off moderator is a metal oxide, soot or graphite.

14. Gas-generating mass according to Claim 1, characterized in that the pressing aid is graphite, pyrogenic silicic acid, cellulose acetate or magnesium stearate.

15. Gas-generating mass according to one of the above claims, characterized in that it is formed by pressing, extruding, casting, rolling or granulation.

16. Process for the production of the gas-generating mass according to one of the above claims, characterized in that the oxidator, the oxygen-rich compound or the organic compound, the slagging agent as well as possibly the burn-off moderator or the aid are mixed by adding such a volume of water that the bivalent

metal nitrate is dissolved, whereupon the mass is granulated while drying and is then pressed.

17. Use of the gas-generating mass according to one of Claims 1 to 15 for airbag gas generators, as extinguishing agent or as propellant.

19 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

12 Offenlegungsschrift
10 DE 195 31 130 A 1

51 Int. Cl.⁶:
C 06 D 5/06
C 06 B 31/02
C 06 B 33/04
C 06 B 21/00
A 62 D 1/06
B 60 R 21/26

21 Aktenzeichen: 195 31 130.2
22 Anmeldetag: 24. 8. 95
43 Offenlegungstag: 27. 2. 97

DE 195 31 130 A 1

71 Anmelder:

Bayern-Chemie Gesellschaft für flugchemische
Antriebe mbH, 84544 Aschau, DE

72 Erfinder:

Jacob, Peter, Dr., 84478 Waldkraiburg, DE; Weigand,
Hans, 83308 Trostberg, DE

56 Entgegenhaltungen:

DE	44 35 790 A1
= DE	94 16 112 U1
= WO	95 09 825 A1

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

54 Gaserzeugende Masse mit einem Verschlackungsmittel

57 Eine gaserzeugende Masse weist als Oxidator das Nitrat eines spinell- oder perowskitbildenden zweiwertigen Metalls und als Verschlackungsmittel das Oxid eines spinellbildenden dreiwertigen Metalls bzw. das Oxid eines perowskitbildenden vierwertigen Metalls auf. Der Oxidator und das Verschlackungsmittel liegen in einem äquimolaren Verhältnis vor, so daß die gebildete Schlacke ein Spinell oder ein Perowskit ist.

DE 195 31 130 A 1

Die Erfindung bezieht sich auf eine gaserzeugende Masse nach dem Oberbegriff des Anspruchs 1.

Derartige gaserzeugende Massen werden für Gasgeneratoren verwendet. Das bekannteste Beispiel stellt der Gasgenerator für den Airbag als passives Rückhaltesystem für die Insassen von Kraftfahrzeugen dar. Daneben werden Gasgeneratoren z. B. für netzunabhängige Antriebsaggregate Schnellschlußventile u. dgl. verwendet.

Die bekannten gaserzeugenden Massen enthalten eine gasliefernde Hauptkomponente und einen Oxidator. Als gasliefernde Hauptkomponente werden stickstoffreiche Verbindungen verwendet, insbesondere Metallazide oder stickstoffreiche organische Verbindungen, wie Triaminoguanidin, als Oxidatoren z. B. Metallnitrate, vor allem Alkali- und Erdalkalimetallnitrate (vgl. DE-AS 22 36 175 und DE 44 35 790 A1). Um die Bildung eines stark alkalischen, lungengängigen und damit hochtoxischen bzw. korrodierenden Alkali- bzw. Erdalkalimetalloxid-Feinstaubes zu verhindern, der entsteht, wenn das Alkali- bzw. Erdalkalimetallnitrat mit der stickstoffreichen Verbindung umgesetzt wird, wird der Masse im allgemeinen Siliciumdioxid als Verschlackungsmittel zugesetzt (DE-AS 22 36 175 und DE 44 35 790 A1). Dadurch werden an Stelle der Alkali- bzw. Erdalkalimetalloxide die entsprechenden Silikate gebildet, die sich leichter filtrieren lassen und weniger alkalisch sind.

Aus DE 44 35 790 A1 ist es ferner bekannt, neben dem Alkalibzw. Erdalkalimetalloxid als sauerstoffliefernde Substanz Eisen(III)oxid zu verwenden. Das Eisen(III)oxid soll zugleich zur Moderation des Abbrandes und zur Verbesserung der Schlackenbildung dienen.

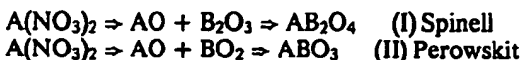
Die Alkali- bzw. Erdalkalimetallschlacke ist zwar weniger alkalisch als die Alkali- bzw. Erdalkalimetalloxide; sie besitzt aber dennoch eine erhebliche Alkalität. Demgemäß übt sie bei ungenügender Filterung eine erhebliche Reizwirkung aus. Auch führt sie zur Korrosion.

Dieses Problem tritt verstärkt bei gaserzeugenden Massen auf, die eine hohe Abbrandtemperatur besitzen. Dann liegt nämlich das Silikat als Schmelze vor, die sich nicht, jedenfalls nur schlecht filtrieren läßt. Zwar kann die Brennkammertemperatur durch Zusatz von Eisen(III)oxid, das das Nitrat als Oxidator zum Teil ersetzt, herabgesetzt werden, jedoch ist damit eine Absenkung der Gasausbeute verbunden.

Aufgabe der Erfindung ist es, eine gaserzeugende Masse bereitzustellen, die ohne Absenkung der Gasausbeute eine nichttoxische bzw. nichtkorrodierende Schlacke bildet.

Dies wird erfindungsgemäß mit der im Anspruch 1 gekennzeichneten gaserzeugenden Masse erreicht. In den Ansprüchen 2 bis 15 sind vorteilhafte Ausgestaltungen der erfindungsgemäßen Masse angegeben, und im Anspruch 16 ein vorteilhaftes Verfahren zur Herstellung derselben.

Das heißt, nach der Erfindung wird als Oxidator das Nitrat eines zweiwertigen Metalls (A) und als Verschlackungsmittel das Oxid eines dreiwertigen oder vierwertigen Metalls (B) verwendet, so daß als Schlacke ein Spinell oder ein Perowskit der allgemeinen Formel AB_2O_4 gebildet wird. Das heißt, die Schlackebildung erfolgt nach folgender Gleichung (I) bzw. (II):



Die aus der erfindungsgemäßen Masse gebildete Schlacke besitzt eine gute Rückhaltefähigkeit in der Brennkammer. Vor allem weist sie einen pH-Wert im neutralen Bereich auf. Die Schlacke ist damit weder toxisch noch korrosiv. Zugleich besitzt die Schlacke eine hohe Porosität, bedingt durch die hohe Dichte im Vergleich zur gaserzeugenden Masse. Dies verhindert ein Mitreißen der gaserzeugenden Masse durch das ausströmende Gas. Da die gebildete Schlacke nicht alkalisch ist, kann die Masse nach ihrem Einsatz auch ohne Probleme entsorgt werden.

Damit eine quantitative Spinell- bzw. Perowskitbildung erfolgt, beträgt das Molverhältnis des Oxids des dreiwertigen Metalls zu dem Nitrat des zweiwertigen Metalls etwa 1 : 1, in der Praxis also zwischen 1,5 : 1 bis 1 : 1,2. Um die Bildung auch nur geringer Mengen eines Oxids des zweiwertigen Metalls auszuschließen, liegt das Oxid des drei(vier)wertigen Metalls vorzugsweise in einem geringen molaren Überschuß von 1,1 : 1 bis 1,5 : 1 gegenüber dem Nitrat des zweiwertigen Metalls vor.

Der Gewichtsanteil des drei(vier)wertigen Metalloxids in der Masse beträgt vorzugsweise 10 bis 40 Gew.-%. Der Gewichtsanteil des Nitrats des zweiwertigen Metalloxids wird nach der vorstehenden Reaktionsgleichung (I) bzw. (II) ermittelt.

Die gasliefernde Hauptkomponente der erfindungsgemäßen Masse wird durch eine stickstoffreiche und/oder polymere organische Verbindung gebildet. Der Gewichtsanteil dieser gasliefernden Hauptkomponente beträgt vorzugsweise 5 bis 80 Gew.-% der Masse.

Das zweiwertige Metallnitrat ist vorzugsweise das Nitrat eines Erdalkalimetalls, wie Calcium- oder Strontiumnitrat. Daneben können auch die Nitrate anderer spinellbildender bzw. perowskitbildender zweiwertiger Metalle eingesetzt werden, beispielsweise Zink-, Magnesium-, Eisen(II)-, Mangan-, Kobalt-, Nickel- oder Kupfernitrat.

Das dreiwertige spinellbildende Metalloxid ist vorzugsweise Eisen-, Aluminium-, Chrom- oder Vanadiumoxid. Besonders bevorzugt ist Eisen(III)oxid (Fe_2O_3) und Aluminiumoxid (Al_2O_3), so daß als Spinell AF_2O_4 bzw. AA_2O_4 gebildet wird (mit A als zweiwertigem Metall).

Das Eisen(III)oxid bzw. Aluminiumoxid wirkt in der erfindungsgemäßen Masse also nicht als Oxidator, sondern als Verschlackungsmittel in Verbindung mit den Nitraten der zweiwertigen spinellbildenden Metalle.

Das vierwertige perowskitbildende Metalloxid ist vorzugsweise Titan-, Zirkon- oder Zinnoxid. Besonders bevorzugt ist Titan(IV)oxid (TiO_2), so daß als Perowskit $ATiO_3$ gebildet wird (mit A als zweiwertigem Metall).

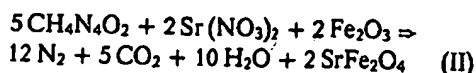
Das Titan(IV)oxid wirkt dabei nicht als Oxidator, sondern als Verschlackungsmittel in Verbindung mit den Nitraten der zweiwertigen perowskitbildenden Metalle.

Die stickstoffreiche Verbindung als gasliefernde Hauptkomponente kann eine anorganische oder eine organische Verbindung sein. Sie weist vorzugsweise mindestens drei Stickstoffatome im Molekül auf.

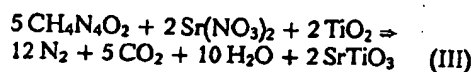
Als anorganische stickstoffreiche Verbindung kann ein Metallazid eingesetzt werden. Da das aus dem Metallazid gebildete Metall als Spinell bzw. Perowskit gebunden werden soll, können allerdings nur Azide zweiwertiger spinell-perowskitbildender Metalle verwendet werden, z. B. Calciumazid. Wenn zweiwertige Metallazide verwendet werden, muß der Molanteil des dreiwertigen spinellbildenden bzw. des vierwertigen perowskitbildenden Metalloxids entsprechend erhöht werden.

Vorzugsweise werden als stickstoffreiche Verbindungen organische stickstoffhaltige Verbindungen eingesetzt, insbesondere Nitroguanidin, Triaminoguanidinnitrat und 5-Aminotetrazol.

Bei Verwendung von Nitroguanidin als stickstoffreicher Verbindung, Strontiumnitrat als zweiwertigem Metallnitrat und Eisen(III)oxid als dreiwertigem Metalloxid, erfolgt die Umsetzung der erfindungsgemäßen Masse also nach folgender Reaktionsgleichung:



Bei Verwendung von Nitroguanidin als stickstoffreicher Verbindung, Strontiumnitrat als zweiwertigem Metallnitrat und Titan(IV)oxid als vierwertigem Metalloxid erfolgt die Umsetzung der erfindungsgemäßen Masse nach folgender Reaktionsgleichung:



Statt oder neben der stickstoffreichen Verbindung kann die gasliefernde Hauptkomponente eine stickstofffreie oder stickstoffarme organische Verbindung, vorzugsweise eine stickstofffreie polymere organische Verbindung, wie Celluloseacetat, Polyoxymethylen oder Polyvinylacetat sein. Die stickstofffreie polymere organische Verbindung kann auch durch einen aushärtbaren Kunststoffbinder gebildet werden, beispielsweise Polyurethan oder Polybutadien.

Die erfindungsgemäße gaserzeugende Masse kann ferner einen Abbrandmoderator enthalten. Als Abbrandmoderatoren kommen beispielsweise Metalloxide, einschließlich Eisen(III)oxid, Ruß oder Graphit in Betracht. Der Anteil des Abbrandmoderators beträgt maximal 5 Gew.-%, bezogen auf das Gewicht der gaserzeugenden Masse.

Ferner kann die erfindungsgemäße gaserzeugende Masse ein Preßhilfsmittel enthalten. Das Preßhilfsmittel kann beispielsweise Graphit, pyrogene Kieselsäure (SiO_2) oder Magnesium-Stearat sein. Der Gehalt des Preßhilfsmittels beträgt maximal 5 Gew.-%, bezogen auf das Gewicht der gaserzeugenden Masse.

Bei der Herstellung der erfindungsgemäßen Masse werden die Komponenten vorzugsweise in einer Kugelmühle bis zur gewünschten Homogenität und Kornverteilung gemahlen. Die Formgebung kann durch Verpressen, Extrudieren, Vergießen, Verwalzen oder Granulieren erfolgen. Die erhaltenen Treibsätze können als Stirnbrenner, Innen-Außen-Brenner, Mehrlochpulver, Pellets oder Granulat für Gasgeneratoren eingesetzt werden.

Wenn die Formgebung durch Verpressen erfolgt, wird das gemahlene Pulver mit Graphit versetzt und/oder granuliert. Zum Granulieren wird vorzugsweise dem Pulver eine solche Menge Wasser zugesetzt, daß das zweiwertige spinell- oder perowskitbildende Metallnitrat gelöst wird, worauf die Masse unter Trocknen granuliert wird. Das Verpressen kann mit Hilfe einer Rundläuferpresse zur Pelletierung oder einer Einstempel- oder Zweistempelpresse oder für größere Preßlinge mit einer Isostatpresse erfolgen.

Die erfindungsgemäße Masse ist insbesondere für Airbag-Gasgeneratoren, als Gasgenerator für netzunabhängige Antriebsaggregate und Schnellschlußventile sowie als Löschmittel und Treibmittel geeignet.

Die nachstehenden Beispiele dienen der weiteren Erläuterung der Erfindung. Die angegebenen Teile sind dabei Gewichtsteile.

Beispiel 1

41,032 Teile Nitroguanidin, 33,5 Teile Strontiumnitrat, 25,265 Teile Eisen(III)oxid und 0,5 Teile Graphit werden zusammen in der Kugelmühle bis zu einer mittleren Korngröße von 5 µm gemahlen und anschließend zu Pellets verpreßt. Die erhaltenen Preßkörper weisen ein Verdichtungsverhältnis von 0,85 auf.

Beispiel 2

38,971 Teile Triaminoguanidinnitrat, 34,527 Teile Strontiumnitrat, 26,002 Teile Eisen(III)oxid und 0,5 Teile Graphit werden zusammen in der Kugelmühle bis zu einer mittleren Korngröße von 10 µm vermahlen und anschließend zu Preßkörpern verdichtet. Die erhaltenen Körper weisen ein Verdichtungsverhältnis von 0,87 auf.

Beispiel 3

45,167 Teile Triaminoguanidinnitrat, 36,727 Teile Strontiumnitrat, 17,606 Teile Aluminiumoxid und 0,5 Teile Graphit werden zusammen in der Kugelmühle bis zu einer mittleren Korngröße von 10 µm vermahlen und anschließend zu Preßkörpern verdichtet. Die erhaltenen Körper weisen ein Verdichtungsverhältnis von 0,9 auf.

Die nach den Beispielen 1 bis 3 gebildeten gaserzeugenden Massen wurden abgebrannt und der Rückstand in

Wasser suspendiert. Der in Wasser suspendierte Rückstand wies einen pH-Wert von etwa 7 auf.

Beispiel 4

- 5 47,159 Teile Nitroguanidin, 38,359 Teile Strontiumnitrat, 14,482 Teile Titan(IV)oxid werden zusammen in der Kugelmühle bis zu einer mittleren Korngröße von 15 µm gemahlen und anschließend zu Preßkörpern verdichtet. Die erhaltenen Preßkörper weisen ein Verdichtungsverhältnis von 0,86 auf.

Patentansprüche

- 10 1. Gaserzeugende Masse, bestehend aus einem Oxidator, einer stickstoffreichen Verbindung und/oder einer organischen Verbindung, einem Verschlackungsmittel sowie ggf. einem Abbrandmoderator und einem Preßhilfsmittel, dadurch gekennzeichnet, daß der Oxidator das Nitrat eines spinellbildenden zweiwertigen Metalls und das Verschlackungsmittel das Oxid eines spinellbildenden dreiwertigen Metalls oder eines perowskitbildenden vierwertigen Metalls ist, und das zweiwertige Metallnitrat und das dreiwertige oder vierwertige Metalloxid in einem solchen Molverhältnis vorliegen, daß die beim Abbrand der Masse gebildete Schlacke ein Spinell oder Perowskit ist.
- 15 2. Gaserzeugende Masse nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Oxid des drei- bzw. vierwertigen Metalls zu dem Nitrat des zweiwertigen Metalls in einem Molverhältnis von 1,5 : 1 bis 1 : 1,2 vorliegt.
- 20 3. Gaserzeugende Masse nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Molverhältnis des drei- bzw. vierwertigen Metalloxids zu dem zweiwertigen Metallnitrat zwischen 1,5 : 1 und 1,1 : 1 beträgt.
4. Gaserzeugende Masse nach einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Gewichtsanteil des drei- bzw. vierwertigen Metalloxids in der Masse 10 bis 40 Gew.-% beträgt.
- 25 5. Gaserzeugende Masse nach einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Gewichtsanteil der stickstoffreichen Verbindung und/oder der organischen Verbindung in der Masse insgesamt 5 bis 80 Gew.-% beträgt.
6. Gaserzeugende Masse nach einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das zweiwertige Metall ein Erdalkalimetall oder Zink ist.
7. Gaserzeugende Masse nach einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das dreiwertige spinellbildende Metall Eisen, Aluminium, Chrom oder Vanadium und das vierwertige perowskitbildende Metall Titan, Zirkon oder Zinn ist.
- 30 8. Gaserzeugende Masse nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die stickstoffreiche Verbindung mindestens drei Stickstoffatome im Molekül enthält.
9. Gaserzeugende Masse nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß die stickstoffreiche Verbindung eine organische Verbindung ist.
- 35 10. Gaserzeugende Masse nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß die stickstoffreiche organische Verbindung Nitroguanidin, 5-Aminotetrazol oder Triaminoguanidinnitrat ist.
11. Gaserzeugende Masse nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die organische Verbindung eine polymere organische Verbindung ist.
- 40 12. Gaserzeugende Masse nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, daß die polymere organische Verbindung Celluloseacetat, Polyoxymethylen, Polyvinylacetat oder ein Kunststoffbinder ist.
13. Gaserzeugende Masse nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Abbrandmoderator ein Metalloxid, Ruß oder Graphit ist.
- 45 14. Gaserzeugende Masse nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Preßhilfsmittel Graphit, pyrogene Kieselsäure, Celluloseacetat oder Magnesiumstearat ist.
15. Gaserzeugende Masse nach einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß sie durch Verpressen, Extrudieren, Vergießen, Verwalzen oder Granulieren geformt ist.
- 50 16. Verfahren zur Herstellung der gaserzeugenden Masse nach einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Oxidator, die stickstoffreiche Verbindung, bzw. die organische Verbindung, das Verschlackungsmittel sowie ggf. der Abbrandmoderator und das Hilfsmittel unter Zusatz einer solchen Menge Wasser gemischt werden, daß das zweiwertige Metallnitrat gelöst wird, worauf die Masse unter Trocknen granuliert und dann verpreßt wird.
17. Verwendung der gaserzeugenden Masse nach einem der Ansprüche 1 bis 15 für Airbag-Gasgeneratoren, als Löschmittel oder als Treibmittel.
- 55
- 60
- 65